

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Industrial Application] This invention relates to the diamond gaseous-phase composition approach and equipment, and relates to the manufacture approach of the diaphragm made from a diamond and equipment which are especially used for a loudspeaker etc.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] Young's modulus of a diamond is very high, and since specific gravity is small, the propagation velocity of an acoustic wave is the ingredient which resembled 18000 km/s markedly compared with other ingredients, and was very excellent as diaphragms, such as a loudspeaker, headphone, and a microphone, since [ this ] it was high. In spite of very high acoustic velocity, the diamond film furthermore manufactured by gaseous-phase composition has an internal loss moderately, and can just be said to be an ultimate ingredient as diaphragm material.

[0003] After the diamond diaphragm formed the diamond film in the front face of substrates, such as Si fabricated by the configuration (dome mold) of a diaphragm, by the heat filament method conventionally, it was manufactured by the approach of carrying out etching removal of the substrate (a radio technique, 1991. April issue, radio technical company). Drawing 9 is the schematic diagram of the manufacture approach of the diaphragm made from a diamond by the heat filament method of a conventional method, and, for the diamond film and 2, as for a filament and 4, Si substrate and 3 are [ one in drawing / gas and 5 ] exhaust air systems.

#### [0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, there were the following problems by the above approaches.

(1) By the heat filament method, the film production rate was as slow as 1 micrometer/h extent, and it had long duration in film production.

(2) In order to form the diamond film of uniform thickness in a curve side, the structure of arrangement of a filament and support was very complicated.

[0005] (3) While exchanging filaments frequently, film production conditions are not stabilized and membranous quality is fixed with neither the elongation of a filament, nor degradation (carbonization).

(4) The process which carries out etching removal of the substrate is required after diamond film production, and it has long duration also in this etching.

(5) Only the number of the diaphragms which produce dome-like Si substrate must be manufactured.

[0006] (6) The gas effectiveness of diamond gaseous-phase composition is as low as about several %. For this reason, the conventional diamond diaphragm was very expensive and its productivity was also bad.

The purpose of this invention solves the above-mentioned trouble, and is to offer the diamond gaseous-phase composition approach and equipment which can manufacture a diamond diaphragm etc. with cheaply sufficient productivity.

#### [0007]

BEST AVAILABLE COPY

[Means for Solving the Problem] This invention offers the manufacture approach of the diamond shaping film characterized by including the process at which the diamond film exfoliates from a substrate automatically according to the difference of the coefficient of thermal expansion of a diamond and a substrate in the process for which the substrate of a predetermined configuration is prepared, the process which makes the diamond film deposit on a substrate with DC plasma jet CVD method, and the process in which the substrate temperature after film production falls, in order to attain the above-mentioned purpose.

[0008] according to this invention, compared with a conventional method, the diamond film used as diaphragms, such as a loudspeaker, can be boiled markedly, and can be cheaply manufactured with sufficient productivity at few processes by compounding with DC plasma jet CVD method (JP,64-33096,A) in a short time. DC plasma jet CVD method is the high-speed composition approach of a diamond that the film production rate of several 100 micrometer/h is obtained by making it blow off from a torch nozzle by using as plasma jet hot thermal plasma which made it generate by DC arc discharge, and making this plasma jet irradiate a substrate. It is performing diamond film production by this approach, and is [0009]. (1) Film production time amount can be set to 1/hundreds from 1/dozens compared with the heat filament method.

(2) Since this approach is an approach of spraying the plasma jet made blowing off from a plasma torch on a substrate, it does not require the complicated activity of adjustment of a filament like the heat filament method, re-covering, etc., and can manufacture a lot of products continuously.

(3) A substrate is made into a convex type and a concave. By making it a concave, sound emission drawing can be made smooth. Moreover, if a convex type is used, a voice coil bobbin is also compoundable by one.

[0010] Moreover, in case substrate temperature is lowered by the thing of a substrate for which a diamond and the bad ingredient of adhesion are used for a front face at least after ending diamond composition, the diamond film exfoliates from a substrate automatically according to the difference of the coefficient of thermal expansion of a diamond and a substrate ingredient. For this reason, while being able to skip the process of exfoliation, diamond film production can be continuously carried out with one substrate.

[0011] As an ingredient of a substrate which is a front face at least, bonding strength with a diamond is weak and the ingredient with large coefficient of thermal expansion and thermal conductivity is suitable. Since adhesion with a diamond is high compared with other ingredients, specifically, the metal which is easy to form carbide, such as silicon, molybdenum, and a tungsten, is not desirable. Since the metal which is easy to dissolve carbon, such as iron, nickel, and cobalt, cannot form a good diamond easily, it is not desirable. The metal and ceramics which can make neither carbon, such as copper, gold, and platinum, a compound nor the solid solution easily are suitable as a substrate ingredient. Moreover, composite material like caribide (WC-Co) and covering material like TiC covering stainless steel are also effective as a substrate. In addition, when the thickness of a diamond is thick, it is possible for the diamond film to also make the metal which is easy to form carbide, such as molybdenum, exfoliate without a crack or a crack from a substrate.

[0012] Moreover, according to this invention, the gaseous-phase composition approach of the diamond characterized by including the process which compounds a diamond with a chemistry vapor phase synthetic method by making a carbon compound into material gas, and the process which recycles gas after using it for composition of a diamond as a part of material gas is offered. Although about several% of amount of the total capacity is usually supplied for hydrocarbon gas, such as methane, to this as a carbon source in diamond composition with DC plasma jet CVD method, using an argon and hydrogen as plasma gas, since the conversion efficiency to the diamond of hydrocarbon gas is several or less %, the use effectiveness of gas is very bad. Therefore, since what is necessary is to supply only the carbon content consumed by diamond composition if it is used circulating the gas used, consumption capacity decreases extraordinarily. Although the presentation of the hydrocarbon in the gas exhausted from a chamber differs from the presentation supplied to a torch, the effect according to the difference in the class of hydrocarbon gas with DC plasma jet CVD method is small.

[0013] then, by carrying out recycling use of the gas used for gaseous-phase composition of a diamond, the consumption of gas is boiled markedly, and can be decreased and, thereby, diamond composition cost can be reduced sharply. This approach is widely [ not only manufacture of diaphragms, such as a loudspeaker, but ] effective in the general plasma CVD of a diamond. However, since gas is used above so much from an approach given in drawing 9 with DC plasma jet CVD method especially, of course, this effectiveness is also more large.

[0014] Although inert gas + hydrogen is supplied to a plasma torch, the plasma is generated, a carbon compound is typically supplied to the plasma flame from the outside of a torch and a diamond is compounded in the diamond gaseous-phase composition using DC plasma torch, since inert gas, hydrogen, and a carbon compound (an unreacted object, resultant) are mixed when carrying out recycling of the gas, generally a plasma torch will be supplied in the form of mixed gas, without separating this. Since this recirculating gas shifts from a re-\*\*\*\*\* presentation for a while, it is desirable to supply a plasma torch by making into material gas what carried out the component analysis and supplied insufficient hydrogen, a carbon compound, etc. As a presentation analyzer, a gas chromatograph and a mass spectrograph are suitable, and a mass spectrograph is suitable in order to be especially continuous analysis.

[0015] When the material gas which contains a carbon compound to a plasma torch is supplied, there is a fault to which carbon adheres to the anode front face of a plasma torch, the stability of discharge falls to, and the membranous quality of the diamond film falls. However, when making the gas flow rate near the anode spot of DC plasma torch into 5 or more m/s as a result of examination of this invention persons, it was found out that adhesion of this carbon can be prevented.

[0016] According to this invention, it has similarly DC plasma torch and the substrate for diamond deposition which counters at this in a reduced pressure chamber. The diamond gaseous-phase synthesizer unit characterized by consisting of an ingredient which has the configuration in which this substrate carries out a sign to a product configuration, and cannot build carbon, a compound, or the solid solution easily, It has DC plasma torch and the substrate for diamond deposition which counters at this in a reduced pressure chamber. And the material gas supply system to a plasma torch, The diamond gaseous-phase synthesizer unit characterized by having a gas excretory system from a reduced pressure chamber and the gas recycling system to which recycling of the gas is carried out from a gas excretory system to a material gas supply system is offered.

[0017]

[Example] Drawing 1 is drawing explaining the principle of the method of producing the diamond film by the plasma jet CVD method. The plasma jet 8 which contains carbon from a plasma torch 7 is injected, and the diamond film 10 is produced on a substrate 9. Since plasma jet 8 is an elevated temperature very much, it cools a substrate 9 by cooling water 11. Here, if the substrate is made into the configuration of a desired product (for example, diaphragm of a loudspeaker), the diamond film 10 will be obtained by the product configuration.

[0018] This invention is especially turned to manufacture of diaphragms, such as a loudspeaker by DC plasma jet CVD method. DC plasma jet CVD method generates hot thermal plasma by DC arc discharge in a plasma torch 7 like the above, and makes it blow off from the nozzle of a plasma torch, it is the approach of carrying out high-speed composition of the diamond on a substrate, and the film production rate of several 100 micrometer/h is obtained.

[0019] Moreover, by using the bad ingredient of adhesion with carbon as a substrate, the diamond film exfoliates automatically from a substrate at the time of after [ film production ] cooling, and productive efficiency improves extremely. Drawing 2 shows the configuration of the plasma jet CVD system which has the gas circulatory system. For a plasma torch and 13, as for a chamber and 15, a substrate and 14 are [ 12 / a substrate rotation device and 16 ] power sources among drawing 2 . Although immobilization is sufficient as a substrate 13, since the homogeneity of thickness or membranous quality will improve if rotation and migration can be performed during film production, it is desirable to establish the substrate rotation device 15.

[0020] A chamber 14 is exhausted with a vacuum pump 19 through a filter 17 and a bulb 18, and after

compressing this exhaust gas by the compressor 21 through an oil trap 20, it is stored in a tank 22. In order to prevent mixing of oil as a vacuum pump here, a dry pump is desirable, and since the powder of a diamond etc. is mixing during the exhaust air from a chamber, it is necessary to let a filter pass. It is better to form the compressor and buffer tank other than a vacuum pump, in order to make easy control of the flow rate of the gas supplied to a torch, and a pressure.

[0021] Since it is desirable for a presentation to be fixed in order that the gas by which recycling is carried out may realize stable diamond composition from a tank 22 to a chamber 14, a component analysis is carried out with the gas analyzers 23, such as a chromatograph and a mass spectrograph, the flow controller 26 of the chemical cylinder 25 which contains a hydrocarbon, hydrogen, and an argon through a data processor 24, respectively is operated, circulating gas is supplemented with required gas 27, and a gas presentation is kept constant.

[0022] As gas, the gas other than an argon, hydrogen, and hydrocarbon gas, such as halogen gas and hydrogen halide gas, may be used for oxidizing gases, such as carbon compound gas, such as inert gas, such as helium, a carbon monoxide, and chlorination carbon, oxygen, and a steam, and a pan if needed. In this way, the recirculating gas which had the presentation adjusted is re-supplied to a plasma torch 12 through the mass flow meter 28.

[0023] With DC plasma jet CVD method, although the rate of the gas bill closed to film production cost is high in order to use a lot of gas compared with a conventional method, film production cost can be further reduced by reducing the amount of the gas used sharply by circulating gas and using. However, adhesion of carbon in an electrode poses a problem here. Usually, if hydrocarbon gas is also supplied between the anode of a torch, and a cathode as plasma gas with DC plasma jet CVD method, carbon solidifies in an anode front face and it grows up, and this will reduce the stability of discharge and will worsen membranous quality. As a result of this invention persons' repeating examination to this problem, while the anode spot where an arc and an anode touch was made not to be fixed to one point, it is raising the gas flow rate near the anode spot, and found out that adhesion of carbon was lost.

[0024] Drawing 3 is the schematic diagram of the torch of this invention (drawing 3 B) and a conventional method (drawing 3 A). For a cathode and 32, as for an arc and 34, an anode and 33 are [ 31 in drawing / the anode spot and 35 ] plasma jet. Although the anode spot is located in a conventional method in the location where the rate of flow near the nozzle of a torch is slow, since the hydrodynamic count which, by the way, took into consideration decomposition of the gas by arc discharge, ionization, the rise of temperature, etc. in order [ which adhesion of carbon cannot produce easily ] to know the gas flow rate in the inside of a torch and the circumference since the anode spot was located in the location where the rate of flow inside a torch is quick is required of the torch of this invention, it is difficult to ask for the gas flow rate to which carbon does not adhere quantitatively. When it was 5 or more m/s without the average gas flow rate in a nozzle taking the temperature rise by discharge into consideration, the result of being hard to produce adhesion of carbon was obtained from the experiment which changed the diameter of a nozzle, and the quantity of gas flow (drawing 4). Moreover, in order to make it not make the anode spot fix to one point, it is good to be able to consider how to make plasma gas a revolution style and the method of impressing a magnetic field to an arc, and to use these approaches positively.

[0025] It cannot be overemphasized that the approach of circulating this gas can be applied also to diamond products other than a diaphragm (for example, a tool, a heat sink, aperture material), and such costs can be lowered.

an example 1 -- the whole equipment is shown in drawing 6 and a gas system is shown for the plasma torch section of the equipment used for actually compounding the diaphragm of a loudspeaker in drawing 5 at drawing 7 .

[0026] drawing 5 -- setting -- 40 -- a cathode and 41 -- the first anode and 42 -- the second anode and 43 -- the third anode and 44 -- a magnet and 45 -- an insulator and 46 -- the first plasma gas and 47 -- the second plasma gas and 48 -- the first shielding gas and 49 -- for the second power source and 52, as for an arc and 54, the first power source and 53 are [ the second shielding gas and 50 / the third power source and 51 / the anode spot and 55 ] plasma jet. This plasma torch is what improved the Mie anode

mold plasma torch (Japanese Patent Application No. No. 103953 [ five to ]) with which a large plasma exposure area which this invention persons developed before is obtained, and in order to prevent adhesion of carbon, it makes high the gas flow rate near [ three ] the anode spot. The first anode 41 makes a tip sharp, it loses the stagnation of a gas stream, it makes it a long and slender configuration so that the anode spot may come by the second anode 42 in a nozzle, and specifically, it is passing shielding gas with the third anode 43 around the anode spot. Moreover, in order to rotate the anode spot 54, while carrying out gas in the style of revolution and passing it, a permanent magnet is arranged and rotation is promoted in the operation of a magnetic field.

[0027] In drawing 6 and drawing 7 60 a substrate and 62 for a plasma torch and 61 A substrate rotation device, 63 a chamber and 65 for a substrate refrigeration unit and 64 A torch refrigeration unit, In 66-68, a power source and 69 the gas circulatory system and 71 for a data processor and 70 An exhaust pipe, In gas piping and 73, cooling water and 74 a signal line and 76 for a power-source line and 75 A vacuum gage, [ 72 ] 77 a pressure control valve and 79 for a filter and 78 A mechanical booster pump, 80 an oil-mist trap and 82 for a dry vacuum pump and 81 An external exhaust air system, 83 -- a compressor and 84 -- a chemical cylinder and 85 -- a regulator and 86 -- a flow controller and 87 -- a buffer tank and 88 -- for a gas presentation analyzer and 91, as for piping and 93, a data processor and 92 are [ a regulator and 89 / a flow controller and 90 / a bulb and 94 ] signal lines.

[0028] A substrate 61 is copper water cooling which has concave with an aperture [ of 60mm ], and a depth of 15mm, and it has structure which can move in the vertical direction and the XY direction while it rotates to a shaft center. A chamber is water-cooled dual structure and can observe the interior from the aperture of quartz glass. The gas circulatory system is supplied to a torch 60 through the filter 77 for dust, the pressure control valve 78 interlocked with the manometer, a mechanical booster pump 79, the dry vacuum pump 80, an oil trap 81, a compressor 83, the buffer tank 87, a regulator 88, and a flow controller 89 as the first plasma gas 46, the second plasma gas 47, the first shielding gas 48, and the second shielding gas 49 from a chamber outlet. The gas chromatograph 90 is attached to buffer tank 87 outlet, a gas presentation is always analyzed, and gas is supplied to the buffer tank 87 from the gas supply systems 84-86 of an argon, hydrogen, and methane through a data processor 91 based on the data. The atomic concentration of an argon, hydrogen, and carbon is calculated from argon concentration, hydrogen concentration, and various hydrocarbon concentration, and additional supply of gas is controlled by gas analysis based on this.

[0029] The diamond diaphragm was manufactured in the following procedures using this equipment.

\*\* An argon, hydrogen, and methane were supplied until it became six atmospheric pressures on the buffer tank, so that it might become 66% of hydrogen, and 2% of carbon argon 32% by atomic concentration after exhaust air to 10-3torr about the whole equipment.

\*\* Discharge is started by first plasma gas 20 l/min, second plasma gas 60 l/min, first shielding gas 20 l/min, second shielding gas 20 l/min, first anode current 20A, second anode current 60A, and third anode current 40A, and the pressure control valve was made to be set to chamber internal pressure 50torr.

[0030] \*\* After discharge was stabilized, the substrate was brought close to a torch, measuring the temperature of a copper substrate with an infrared thermometer, diamond composition was performed at 900 degrees C for 20 minutes, and the diamond diaphragm with a thickness of 40 micrometers was produced.

\*\* The chamber was leaked after [ of discharge termination ] 3 minutes, it already exfoliated from the substrate, and the diamond diaphragm which is on the substrate was taken out.

[0031] \*\* After cleaning simply the top face of a substrate, a side face, a chamber inside, etc., lowering a substrate and exhausting to 10-3torr, a diamond diaphragm can be continuously manufactured by repeating the above-mentioned \*\* or subsequent ones.

\*\* The weld flash of a diaphragm periphery was dropped using the YAG laser, and the diamond diaphragm was completed.

[0032] Thus, when the frequency characteristics of the high-temperature-service loudspeaker manufactured using the manufactured diamond diaphragm were investigated, high region resonance

frequency is about 35kHz. 10kHz of the loudspeaker made from titanium of the same configuration It compares and is sharply high. Moreover, the film production time amount of a diamond diaphragm is about 20 minutes, and is 1/120 compared with about 40 hours of the conventional heat filament method. Since the time amount which furthermore exfoliates from a substrate can be saved, 1/200 or less is the time amount concerning diaphragm manufacture. A manufacturing cost is considered to become a-100 1-/number by compaction of production time, reduction of a process, simplification, and the pan by the needlessness of auxiliary materials, such as a substrate and a filament. By the way, although such trial calculation is the case where it is compoundable by the heat filament method, it is thought from the point of arrangement of a filament, and adjustment that it is very difficult to manufacture a diamond diaphragm with an aperture of 60mm by the heat filament method.

[0033] As shown in example 2 drawing 8, the diaphragm was manufactured using equipment with the torch migration device which can be irradiated from a direction in which the voice coil bobbin should also be united in the substrate 61 with the convex type made from caribide (WC-Cu), and the torch 60 was leaned from the shaft of a diaphragm. 95 in drawing is a torch migration device, and 96 is a cable and piping. In addition, the structure of a torch, the gas circulatory system, a substrate rotation device, etc. are the same as an example 1. The aperture of 60mm, height of 15mm, and the height of the voice coil bobbin section of the convex of a substrate are 5mm.

[0034] \*\* An argon, hydrogen, and methane were supplied until it became six atmospheric pressures on the buffer tank, so that it might become 66% of hydrogen, and 2% of carbon argon 32% by atomic concentration after exhaust air to 10-3torr about the whole equipment.

\*\* Discharge is started by first plasma gas 20 l/min, second plasma gas 60 l/min, first shielding gas 20 l/min, second shielding gas 20 l/min, first anode current 20A, second anode current 60A, and third anode current 40A, and the pressure control valve was made to be set to chamber internal pressure 50torr.

[0035] \*\* After discharge was stabilized, the substrate was brought close to a torch, measuring the temperature of a copper substrate with an infrared thermometer, diamond composition was performed at 900 degrees C for 20 minutes, and the diamond diaphragm with a thickness of 40 micrometers was produced.

\*\* The chamber was leaked after [ of discharge termination ] 3 minutes, it already exfoliated from the substrate, and the diamond diaphragm which is on the substrate was taken out.

[0036] \*\* After cleaning simply the top face of a substrate, a side face, a chamber inside, etc., lowering a substrate and exhausting to 10-3torr, a diamond diaphragm can be continuously manufactured by repeating the above-mentioned \*\* or subsequent ones.

\*\* The weld flash of a diaphragm periphery was dropped using the YAG laser, and the diamond diaphragm was completed.

[0037] Thus, when the frequency characteristics of the high-temperature-service loudspeaker manufactured using the manufactured diamond diaphragm were investigated, high region resonance frequency is about 35kHz. 10kHz of the loudspeaker made from titanium of the same configuration It compares and is sharply high. Moreover, the film production time amount of a diamond diaphragm is about 20 minutes, and is 1/120 compared with about 40 hours of the conventional heat filament method. Since the time amount which furthermore exfoliates from a substrate can be saved, 1/200 or less is the time amount concerning diaphragm manufacture. A manufacturing cost is considered to become a-100 1-/number by compaction of production time, reduction of a process, simplification, and the pan by the needlessness of auxiliary materials, such as a substrate and a filament. By the way, although such trial calculation is the case where it is compoundable by the heat filament method, it is thought from the point of arrangement of a filament, and adjustment that it is very difficult to manufacture a diamond diaphragm with an aperture of 60mm by the heat filament method.

[0038] The rest manufactured the diamond diaphragm in the same equipment as an example 1, and a procedure using the single anode torch shown in example 3 drawing 3 B. In addition, a substrate is what coated the stainless front face with TiC 2 micrometers in thickness, and the magnitude of a depression is 5mm in the aperture of 30mm, and depth.

[0039] \*\* An argon, hydrogen, and methane were supplied until it became six atmospheric pressures on the buffer tank, so that it might become 66% of hydrogen, and 1% of carbon argon 33% by atomic concentration after exhaust air to 10-3torr about the whole equipment.

\*\* Discharge is started by plasma gas 40 l/min and discharge current 60A, and the pressure control valve was made to be set to chamber internal pressure 50torr.

[0040] \*\* After discharge was stabilized, the substrate was brought close to a torch, measuring the temperature of a copper substrate with an infrared thermometer, diamond composition was performed at 900 degrees C for 30 minutes, and the diamond diaphragm with a thickness of 30 micrometers was produced.

\*\* The chamber was leaked after [ of discharge termination ] 3 minutes, it already exfoliated from the substrate, and the diamond diaphragm which is on the substrate was taken out.

[0041] \*\* After cleaning simply the top face of a substrate, a side face, a chamber inside, etc., lowering a substrate and exhausting to 10-3torr, a diamond diaphragm can be continuously manufactured by repeating the above-mentioned \*\* or subsequent ones.

\*\* The weld flash of a diaphragm periphery was dropped using the YAG laser, and the diamond diaphragm was completed.

[0042] Thus, when the frequency characteristics of the high-temperature-service loudspeaker manufactured using the manufactured diamond diaphragm were investigated, high region resonance frequency is about 80kHz. 20kHz of the loudspeaker made from titanium of the same configuration It compares and is sharply high. Moreover, the film production time amount of a diamond diaphragm is 30 minutes, and is 1/60 compared with about 30 hours of the conventional heat filament method. Since the time amount which furthermore exfoliates from a substrate can be saved, 1/100 or less is the time amount concerning diaphragm manufacture. A manufacturing cost is considered to become a-100 1-/number by compaction of production time, reduction of a process, simplification, and the pan by the needlessness of auxiliary materials, such as a substrate and a filament.

[0043] The diamond diaphragm was manufactured by the approach of supplying methane to a plasma torch as a controlled atmosphere by making an argon and hydrogen into plasma gas with the same equipment as example 4 example 3, without performing gas circulation.

\*\* It is an argon considering 10 l/min and hydrogen as 10 l/min and a controlled atmosphere after exhaust air and as plasma gas to 10-3torr about the whole equipment Methane 0.3 l/min Discharge is started by sink and discharge current 60A, and the pressure control valve was made to be set to chamber internal pressure 50torr.

[0044] \*\* After discharge was stabilized, the substrate was brought close to a torch, measuring the temperature of a copper substrate with an infrared thermometer, diamond composition was performed at 900 degrees C for 30 minutes, and the diamond diaphragm with a thickness of 30 micrometers was produced.

\*\* The chamber was leaked after [ of discharge termination ] 3 minutes, it already exfoliated from the substrate, and the diamond diaphragm which is on the substrate was taken out.

[0045] \*\* After cleaning simply the top face of a substrate, a side face, a chamber inside, etc., lowering a substrate and exhausting to 10-3torr, a diamond diaphragm can be continuously manufactured by repeating the above-mentioned \*\* or subsequent ones.

\*\* The weld flash of a diaphragm periphery was dropped using the YAG laser, and the diamond diaphragm was completed.

[0046] Thus, when the frequency characteristics of the high-temperature-service loudspeaker manufactured using the manufactured diamond diaphragm were investigated, high region resonance frequency is about 80kHz. It was the same property as an example 3. Although the production time of a diamond diaphragm was the same as that of an example 2 and it became or less the heat filament method 1 / 100, since there was much consumption of gas, the manufacturing cost became about 4 times of an example 2. If still compared with the heat filament method, it will be the cost of a-ten 1-/number.

[0047]

[Effect of the Invention] The manufacture approach of the diamond diaphragm of this invention can

make production time and a manufacturing cost a-100 1-/number from a-ten 1-/number compared with the approach of using the conventional heat filament method. Moreover, the diaphragm of the diameter of macrostomia which cannot be manufactured can also be manufactured by the heat filament method.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] The manufacture approach of the diamond shaping film characterized by including the process at which the diamond film exfoliates from a substrate automatically according to the difference of the coefficient of thermal expansion of a diamond and a substrate in the process for which the substrate of a predetermined configuration is prepared, the process which makes the diamond film deposit on a substrate with DC plasma jet CVD method, and the process in which the substrate temperature after film production falls.

[Claim 2] The approach according to claim 1 of using as a principal component the metal or ceramics with which the ingredient of the front face of said substrate cannot generate carbon, a compound, and the solid solution easily.

[Claim 3] The approach according to claim 2 of using as a principal component the metal with which the ingredient of the front face of said substrate uses copper, platinum, gold, or these alloys as a principal component or tungsten carbide, titanium carbide, titanium nitrides, or such composite material.

[Claim 4] The approach of claim 1-3 given in any 1 term said diamond film is diaphragms, such as a loudspeaker.

[Claim 5] The gaseous-phase composition approach of the diamond characterized by including the process which compounds a diamond with a chemistry vapor phase synthetic method by making a carbon compound into material gas, and the process which recycles gas after using it for composition of a diamond as a part of material gas.

[Claim 6] The approach according to claim 5 of acting as the monitor of the presentation of said gas to recycle, and keeping the presentation of material gas constant.

[Claim 7] The approach according to claim 5 said chemistry vapor phase synthetic method is DC plasma jet CVD method.

[Claim 8] The approach according to claim 7 the gas flow rate near the anode spot of a plasma torch is 5 or more m/s.

[Claim 9] The diamond gaseous-phase synthesizer unit characterized by using as a principal component the metal or ceramics which has DC plasma torch and the substrate for diamond deposition which counters at this in a reduced pressure chamber, and has the configuration in which this substrate carries out a sign to a product configuration, and cannot build carbon, a compound, and the solid solution easily.

[Claim 10] Equipment according to claim 9 which uses as a principal component the metal with which the ingredient of the front face of said substrate uses copper, platinum, gold, or these alloys as a principal component or tungsten carbide, titanium carbide, titanium nitrides, or such composite material.

[Claim 11] Equipment according to claim 10 or 11 in which said substrate carries out a sign to the configuration of diaphragms, such as a loudspeaker.

[Claim 12] The diamond gaseous-phase synthesizer unit characterized by having DC plasma torch and the substrate for diamond deposition which counters at this in a reduced pressure chamber, and having

the material gas supply system to a plasma torch, a gas excretory system from a reduced pressure chamber, and the gas recycling system to which recycling of the gas is carried out from a gas excretory system to a material gas supply system.

[Claim 13] Equipment according to claim 12 with which the gas circulatory system has a compressor, a buffer tank, and a gas presentation analyzer.

---

[Translation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-053298  
 (43)Date of publication of application : 28.02.1995

(51)Int.CI.  
 C30B 29/04  
 C01B 31/06  
 C30B 25/18  
 H04R 31/00  
 // H04R 7/02

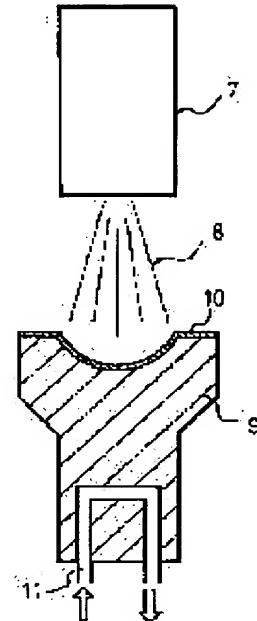
(21)Application number : 05-200605 (71)Applicant : FUJITSU LTD.  
 (22)Date of filing : 12.08.1993 (72)Inventor : KURIHARA KAZUAKI  
 SASAKI KENICHI  
 ITANI TSUKASA  
 AKASHI SHINOBU

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR SYNTHESIZING DIAMOND IN VAPOR PHASE.

## (57)Abstract:

PURPOSE: To inexpensively obtain a formed diamond film with good productivity by depositing a diamond film on a base plate by a DC plasma CVD method, then peeling the diamond from the base plate by a difference in coefft. of thermal expansion between the diamond and the base plate.

CONSTITUTION: A plasma jet 8 contg. carbon is injected from a plasma torch 7 to form the diamond film 10 on the base plate 9, of which the material of the surface is a metal essentially consisting of Cu, Pt, Au or their alloy or tungsten carbide, titanium carbide, titanium nitride or their composite material. The base plate 9 is then cooled by cooling water 11 to automatically peel the diamond film 10 from the base plate 9 by the difference in the coefft. of thermal expansion between the diamond film 10 and the base plate 9.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3107683

[Date of registration] 08.09.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-53298

(43)公開日 平成7年(1995)2月28日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 30 B 29/04	C	8216-4G		
C 01 B 31/06	A			
C 30 B 25/18		9040-4G		
H 04 R 31/00	A	7627-5H		
// H 04 R 7/02	A	7627-5H		

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 9 頁)

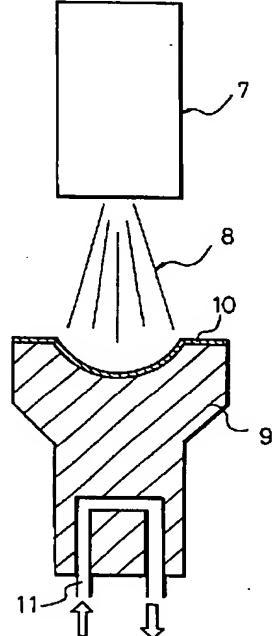
(21)出願番号	特願平5-200605	(71)出願人	000005223 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地
(22)出願日	平成5年(1993)8月12日	(72)発明者	栗原 和明 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社内
		(72)発明者	佐々木 謙一 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社内
		(72)発明者	井谷 司 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社内
		(74)代理人	弁理士 宇井 正一 (外3名)
			最終頁に統く

(54)【発明の名称】ダイヤモンドの気相合成方法及び装置

## (57)【要約】

【目的】生産性の高い、低コストのダイヤモンド膜(特にスピーカなどの振動板)の製膜方法及び装置を提供すること。

【構成】プラズマジェットCVD法を採用すると製膜速度が高い。基板としてダイヤモンドとの密着性の悪い材料を用いると、冷却時にダイヤモンド膜が自動的に剥離する。ガス利用効率が低いので再循環させる。その際陽極点付近のガス流速を5m/s以上にすると炭素が付着しない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 所定の形状の基板を準備する工程、DCプラズマジェットCVD法で基板上にダイヤモンド膜を堆積させる工程、製膜後基板温度が下がる過程でダイヤモンドと基板の熱膨張率の差によりダイヤモンド膜が自動的に基板から剥離される工程を含むことを特徴とするダイヤモンド成形膜の製造方法。

【請求項2】 前記基板の表面の材料が炭素と化合物及び固溶体を生成しにくい金属又はセラミックスを主成分とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記基板の表面の材料が銅、白金、金又はこれらの合金を主成分とする金属又は炭化タンゲステン、炭化チタン、窒化チタン又はこれらの複合材料を主成分とする請求項2記載の方法。

【請求項4】 前記ダイヤモンド膜がスピーカなどの振動板である請求項1～3のいずれか1項記載の方法。

【請求項5】 炭素化合物を原料ガスとして化学気相合成法でダイヤモンドを合成する工程と、ダイヤモンドの合成に使用した後のガスを原料ガスの一部として再循環する工程とを含むことを特徴とするダイヤモンドの気相合成方法。

【請求項6】 再循環する前記ガスの組成をモニターして、原料ガスの組成を一定に保つ請求項5記載の方法。

【請求項7】 前記化学気相合成法がDCプラズマジェットCVD法である請求項5記載の方法。

【請求項8】 プラズマトーチの陽極点付近のガス流速が5m/s以上である請求項7記載の方法。

【請求項9】 減圧チャンバ内にDCプラズマトーチとこれに対向するダイヤモンド堆積用基板とを有し、該基板が製品形状に符号する形状を有しつつ炭素と化合物および固溶体を生成しにくい金属又はセラミックスを主成分とすることを特徴とするダイヤモンド気相合成装置。

【請求項10】 前記基板の表面の材料が銅、白金、金又はこれらの合金を主成分とする金属又は炭化タンゲステン、炭化チタン、窒化チタン又はこれらの複合材料を主成分とする請求項9記載の装置。

【請求項11】 前記基板がスピーカなどの振動板の形状に符号する請求項10又は11記載の装置。

【請求項12】 減圧チャンバ内にDCプラズマトーチと、これに対向するダイヤモンド堆積用基板とを有し、かつプラズマトーチへの原料ガス供給系と、減圧チャンバからのガス排出系と、ガス排出系から原料ガス供給系へガスを再循環させるガス再循環系とを有することを特徴とするダイヤモンド気相合成装置。

【請求項13】 ガス循環系がコンプレッサ、バッファタンクおよびガス組成分析器を有する請求項12記載の装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【産業上の利用分野】 本発明はダイヤモンド気相合成方

法及び装置に係り、とりわけスピーカ等に使用されるダイヤモンド製振動板の製造方法および装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 ダイヤモンドはヤング率が極めて高く、比重が小さいため、音波の伝播速度が18000km/sと他の材料に比べて格段に高い、このためスピーカ、ヘッドフォン、マイクロフォン等の振動板としてたいへん優れた材料である。さらに気相合成で製作したダイヤモンド膜は、極めて高い音速にもかかわらず内部損失が適度にあり、まさに振動板材として究極の材料と言える。

【0003】 ダイヤモンド振動板は従来、振動板の形状(ドーム型)に成形されたSi等の基板の表面に熱フィラメント法でダイヤモンド膜を形成した後、基板をエッチング除去するという方法で製造されていた(ラジオ技術、1991.4月号、ラジオ技術社)。図9は従来法の熱フィラメント法によるダイヤモンド製振動板の製造方法の概略図で、図中1はダイヤモンド膜、2はSi基板、3はフィラメント、4はガス、5は排気系である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし上記のような方法では以下のようないくつかの問題があった。

(1) 热フィラメント法では製膜速度が1μm/h程度と遅く、製膜に長時間を有していた。

(2) 湾曲面に均一な厚さのダイヤモンド膜を形成するため、フィラメントの配置、支持の構造は極めて複雑となっていた。

【0005】 (3) フィラメントの伸びや劣化(炭化)により、頻繁にフィラメントを交換する必要があるとともに、製膜条件が安定せず、膜質が一定しない。

(4) ダイヤモンド製膜後、基板をエッチング除去する工程が必要であり、このエッチングにも長時間を有する。

(5) ドーム状のSi基板を生産する振動板の数だけ製造しなくてはならない。

【0006】 (6) ダイヤモンド気相合成のガス効率は数%程度と低い。このため、従来のダイヤモンド振動板は極めて高価であり、生産性も悪かった。

本発明の目的は、上記の問題点を解決し、ダイヤモンド振動板などを安価に生産性良く製造しうるダイヤモンド気相合成方法および装置を提供するにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は上記目的を達成するために、所定の形状の基板を準備する工程、DCプラズマジェットCVD法で基板上にダイヤモンド膜を堆積させる工程、製膜後基板温度が下がる過程でダイヤモンドと基板の熱膨張率の差によりダイヤモンド膜が自動的に基板から剥離される工程を含むことを特徴とするダイヤモンド成形膜の製造方法を提供する。

【0008】 本発明に従って、スピーカなどの振動板と

なるダイヤモンド膜をDCプラズマジェットCVD法（特開昭64-33096号公報）で合成することで、従来法に比べ、格段に安価に、短時間で、少ない工程で、生産性良く製造することができる。DCプラズマジェットCVD法は、直流アーク放電により発生させた高温の熱プラズマをプラズマジェットとしてトーチノズルより噴出させ、このプラズマジェットを基板に照射することで数 $100\mu\text{m}/\text{h}$ の製膜速度が得られるダイヤモンドの高速合成方法である。この方法でダイヤモンド製膜を行うことで、

【0009】(1) 製膜時間を熱フィラメント法に比べ、数十分の一から数百分の一にすることができる。

(2) この方法はプラズマトーチから噴出させたプラズマジェットを基板に吹きつける方法であるため、熱フィラメント法のようなフィラメントの調整や張り替え等の複雑な作業を要しないし、連続して大量の製品を製造できる。

(3) 基板を凸型にも凹型にもできる。凹型にすることにより、音響放出面を平滑にすることができます。また凸型を用いるとボイスコイルボビンも一体で合成できる。

【0010】また、基板の少なくとも表面にダイヤモンドと密着性の悪い材料を用いることで、ダイヤモンド合成を終了した後に基板温度を下げる際に、ダイヤモンドと基板材料との熱膨張係数の差により、自然にダイヤモンド膜が基板から剥離してくれる。このため剥離の工程が省けるとともに一つの基板で連続してダイヤモンド製膜できる。

【0011】基板の少なくとも表面の材料としては、ダイヤモンドとの結合力が弱く、熱膨張係数、熱伝導率が大きい材料が適している。具体的には、シリコン、モリブデン、タンクステン等の炭化物を形成しやすい金属は、他の材料に比べダイヤモンドとの密着性が高いので好ましくない。鉄、ニッケル、コバルト等の炭素を固溶しやすい金属は、良質のダイヤモンドを形成しにくいので好ましくない。銅、金、白金など炭素と化合物も固溶体も作りにくい金属やセラミックスが基板材料として適している。また超硬(WC-C<sub>o</sub>)のような複合材料や、TiC被覆ステンレスのような被覆材料も基板として有効である。なおダイヤモンドの膜厚が厚い場合は、モリブデンなど炭化物を形成しやすい金属でも、割れやクラックなしにダイヤモンド膜が基板から剥離させることは可能である。

【0012】また、本発明によれば、炭素化合物を原料ガスとして化学気相合成法でダイヤモンドを合成する工程と、ダイヤモンドの合成に使用した後のガスを原料ガスの一部として再循環する工程とを含むことを特徴とするダイヤモンドの気相合成方法が提供される。DCプラズマジェットCVD法でのダイヤモンド合成では、通常プラズマガスとしてアルゴン、水素を用い、これに炭素源としてメタンなどの炭化水素ガスを総ガス量の数バー

セント程の量を供給しているが、炭化水素ガスのダイヤモンドへの変換効率は数パーセント以下であるため、ガスの利用効率は極めて悪い。したがって使用されるガスを循環させて使用すれば、ダイヤモンド合成で消費される炭素分だけを供給すれば良いので、消費ガス量はケタ違いに少なくなる。チャンバから排気されるガスの中の炭化水素の組成はトーチに供給される組成と異なるが、DCプラズマジェットCVD法では炭化水素ガスの種類の違いによる影響は小さい。

【0013】そこで、ダイヤモンドの気相合成に用いるガスを再循環使用することにより、ガスの消費量を格段に減少させ、これによりダイヤモンド合成コストを大幅に低減することができる。この方法はスピーカなどの振動板の製造に限らず、また広くダイヤモンドのプラズマCVD一般において効果がある。しかし、勿論特にDCプラズマジェットCVD法では図9記載の方法より以上にガスを多量に使用するので、この効果もより大きい。

【0014】DCプラズマトーチを用いたダイヤモンド気相合成では、典型的には、不活性ガス+水素をプラズマトーチに供給してプラズマを発生させ、そのプラズマ炎にトーチの外側から炭素化合物を供給してダイヤモンドを合成するが、ガスを再循環させる場合には、不活性ガス、水素、炭素化合物（未反応物、反応生成物）が混合されているので、一般的には、これを分離することなく混合ガスの形でプラズマトーチへ供給することになる。この再循環ガスは再適供給ガス組成から少しズレるので、組成分析して不足の水素、炭素化合物などを補給したものを原料ガスとしてプラズマトーチへ供給することが望ましい。組成分析器としてはガスクロマトグラフや質量分析器が適し、特に連続的分析のためには質量分析器が好適である。

【0015】プラズマトーチへ炭素化合物を含む原料ガスを供給すると、プラズマトーチのアノード表面に炭素が付着し、放電の安定性が低下し、ダイヤモンド膜の膜質が低下する欠点がある。しかし、本発明者らの検討の結果、DCプラズマトーチの陽極点付近のガス流速を5m/s以上にすれば、この炭素の付着が防止できることが見い出された。

【0016】本発明によれば、同様に、減圧チャンバ内にDCプラズマトーチとこれに対向するダイヤモンド堆積用基板とを有し、該基板が製品形状に符号する形状を有しつつ炭素と化合物または固溶体をつくりにくい材料からなることを特徴とするダイヤモンド気相合成装置と、減圧チャンバ内にDCプラズマトーチと、これに対向するダイヤモンド堆積用基板とを有し、かつプラズマトーチへの原料ガス供給系と、減圧チャンバからのガス排出系と、ガス排出系から原料ガス供給系へガスを再循環させるガス再循環系とを有することを特徴とするダイヤモンド気相合成装置が提供される。

【0017】

【実施例】図1はプラズマジェットCVD法によるダイヤモンド膜の製膜法の原理を説明する図である。プラズマトーチ7から炭素を含むプラズマジェット8を噴射し、基板9上にダイヤモンド膜10を製膜する。プラズマジェット8は極めて高温なので冷却水11で基板9は冷却する。ここで、基板を、所望の製品（例えばスピーカの振動板）の形状にしておけば、ダイヤモンド膜10は製品形状で得られる。

【0018】本発明はとりわけDCプラズマジェットCVD法によるスピーカなどの振動板の製造に向けられている。DCプラズマジェットCVD法は、前記の如く、プラズマトーチ7で直流アーク放電により高温の熱プラズマを発生させ、プラズマトーチのノズルから噴出させ、基板上にダイヤモンドを高速合成する方法であり、数100μm/hの製膜速度が得られる。

【0019】また、基板として炭素との密着性の悪い材料を用いることにより、製膜後冷却時にダイヤモンド膜が基板から自動的に剥離して、生産効率が極めて向上する。図2はガス循環系を有するプラズマジェットCVD装置の構成を示す。図2中、12はプラズマトーチ、13は基板、14はチャンバ、15は基板回転移動機構、16は電源である。基板13は固定でもよいが、製膜中に回転や移動ができると膜厚や膜質の均一性が向上するので、基板回転移動機構15を設けることが好ましい。

【0020】チャンバ14はフィルタ17及びバルブ18を介して真空ポンプ19で排気し、この排出ガスはオイルトラップ20を介してコンプレッサ21で圧縮してからタンク22に貯えられる。ここで真空ポンプとしてはオイルの混入を防ぐため、ドライポンプが好ましい、またチャンバからの排気中にはダイヤモンドの粉などが混入しているためフィルタを通す必要がある。トーチに供給されるガスの流量、圧力の制御を容易にするため、真空ポンプの他にコンプレッサおよびバッファータンクを設けたほうが良い。

【0021】タンク22からチャンバ14へ再循環されるガスは、安定なダイヤモンド合成を実現するために組成が一定であることが望ましいので、クロマトグラフや質量分析器などのガス分析器23で組成分析し、データ処理装置24を介してそれぞれ炭化水素、水素、アルゴンを含むガスポンベ25の流量コントローラ26を操作して、循環ガスへ必要なガス27を補充してガス組成を一定に保つようにする。

【0022】ガスとしてはアルゴン、水素、炭化水素ガスのほかにも、ヘリウム等の不活性ガス、一酸化炭素、塩化炭素等の炭素化合物ガス、酸素、水蒸気等の酸化性ガス、さらにはハロゲンガスやハロゲン化水素ガス等のガスを必要に応じて用いても良い。こうして組成を調整された再循環ガスはマスフローメータ28を介してプラズマトーチ12へ再供給される。

【0023】DCプラズマジェットCVD法では、従来

法に比べ多量のガスを使用するため、製膜コストにしめるガス代の割合が高いが、ガスを循環させて利用することでガスの使用量を大幅に低減することで、製膜コストをさらに低下させることができる。しかし、ここで問題となるのは電極への炭素の付着である。通常DCプラズマジェットCVD法で炭化水素ガスもプラズマガスとしてトーチのアノード、カソード間に供給すると、アノード表面に炭素の固まり成長してしまい、これが放電の安定性を低下させ、膜質を悪くさせてしまう。この問題に対し、本発明者らは検討を重ねた結果、アークとアノードとが接する陽極点が一点に固定されないようにするとともに、陽極点近傍のガス流速を高めることで、炭素の付着がなくなることを見出した。

【0024】図3は本発明（図3B）と従来法（図3A）のトーチの概略図である。図中31はカソード、32はアノード、33はアーク、34は陽極点、35はプラズマジェットである。従来法ではトーチのノズル付近の流速が遅い場所に陽極点があるが、本発明のトーチではトーチ内部の流速が速い場所に陽極点があるため、炭素の付着が生じにくい、ところで、トーチ内および周辺でのガス流速を知るためには、アーク放電によるガスの分解、イオン化、温度の上昇等を考慮した流体力学的計算が必要であるため、炭素が付着しないガス流速を定量的に求めることは困難である。ノズル径、ガス流量をえた実験からは、ノズル内の平均ガス流速が放電による温度上昇を考慮しないで5m/s以上であれば炭素の付着が生じにくいという結果が得られた（図4）。また陽極点を一点に固定させないようにするには、プラズマガスを旋回流とする方法や、アークに磁場を印加する方法が考えられており、これらの方針を積極的に利用すると良い。

【0025】このガスを循環させる方法は振動板以外のダイヤモンド製品、（例えば工具、ヒートシンク、窓材）にも適用でき、これらのコストを下げられることは言うまでもない。

#### 実施例1

実際にスピーカの振動板を合成するのに用いた装置のプラズマトーチ部を図5に、装置全体を図6に、ガス系を図7に示す。

【0026】図5において、40はカソード、41は第一アノード、42は第二アノード、43は第三アノード、44は磁石、45は絶縁体、46は第一プラズマガス、47は第二プラズマガス、48は第一シールドガス、49は第二シールドガス、50は第三電源、51は第二電源、52は第一電源、53はアーク、54は陽極点、55はプラズマジェットである。このプラズマトーチは本発明者らが以前に開発した広いプラズマ照射面積が得られる三重アノード型プラズマトーチ（特願平5-103953号）を改良したもので、炭素の付着を防ぐために、三つの陽極点付近のガス流速を高くしている。

具体的には第一アノード41は先端を鋭くしてガス流の淀みを無くし、第二アノード42ではノズル内に陽極点が来るよう細長い形状とし、第三アノード43では陽極点周辺にシールドガスを流している。また陽極点54を回転移動させるため、ガスを旋回流にして流すとともに、永久磁石を配して磁場の作用で回転を促進させている。

【0027】図6および図7において、60はプラズマトーチ、61は基板、62は基板回転移動機構、63は基板冷却ユニット、64はチャンバ、65はトーチ冷却ユニット、66～68は電源、69はデータ処理装置、70はガス循環系、71は排気管、72はガス配管、73は冷却水、74は電源線、75は信号線、76は真空計、77はフィルタ、78は圧力調整バルブ、79はメカニカルブースターポンプ、80はドライ真空ポンプ、81はオイルミストトラップ、82は外部排気系、83はコンプレッサ、84はガスポンベ、85はレギュレータ、86は流量コントローラ、87はバッファータンク、88はレギュレータ、89は流量コントローラ、90はガス組成分析器、91はデータ処理装置、92は配管、93はバルブ、94は信号線である。

【0028】基板61は口径60mm、深さ15mmの凹を有する銅製の水冷で、軸中心に回転するとともに上下方向およびXY方向に移動できる構造となっている。チャンバは水冷二重構造で、石英ガラスの窓から内部を観察できる。ガス循環系は、チャンバ出口から粉塵用フィルタ77、圧力計と連動した圧力調整バルブ78、メカニカルブースターポンプ79、ドライ真空ポンプ80、オイルトラップ81、コンプレッサ83、バッファータンク87、レギュレータ88、流量コントローラ89を通してトーチ60に第一プラズマガス46、第二プラズマガス47、第一シールドガス48、第二シールドガス49として供給される。バッファータンク87出口にはガスクロマトグラフ90が付いており常時ガス組成を分析し、そのデータを元にデータ処理装置91を介してアルゴン、水素、メタンのガス供給系84～86からバッファータンク87にガスが供給される。ガス分析ではアルゴン濃度、水素濃度、各種炭化水素濃度からアルゴン、水素、炭素の原子濃度を計算し、これを元にガスの追加供給を制御する。

【0029】この装置を用いて以下の手順でダイヤモンド振動板の製造を行った。

① 装置全体を $10^{-3}$  torrまで排気後、原子濃度でアルゴン32%、水素66%、炭素2%となるようにアルゴン、水素、メタンをバッファータンクに6気圧になるまで供給した。

② 第一プラズマガス20 l/min、第二プラズマガス60 l/min、第一シールドガス20 l/min、第二シールドガス20 l/min、第一アノード電流20A、第二アノード電流60A、第三アノード電流40Aで放電

を開始し、圧力調整バルブをチャンバ内圧力50 torrとなるようにした。

【0030】③ 放電が安定した後、赤外線温度計で銅製基板の温度を測定しながら基板をトーチに近づけ、900°Cで20分ダイヤモンド合成を行い、厚さ40μmのダイヤモンド振動板を製膜した。

④ 放電終了3分後にチャンバをリークし、すでに基板から剥離して基板の上に乗っているだけのダイヤモンド振動板を取り出した。

【0031】⑤ 基板の上面、側面、チャンバ内面等を簡単に掃除し、基板を下げて、 $10^{-3}$  torrまで排気した後、上記②以降を繰り返すことで、ダイヤモンド振動板を連続して製造できる。

⑥ YAGレーザーを用いて振動板外周のバリを落としダイヤモンド振動板を完成させた。

【0032】このようにして製造したダイヤモンド振動板を用いて製作した高温用スピーカの周波数特性を調べたところ、高域共振周波数は約35kHzと、同様の形状のチタン製スピーカの10kHzに比べ大幅に高い。またダイヤモンド振動板の製膜時間は約20分であり、従来の熱フィラメント法の約40時間に比べ1/120である。さらに基板から剥離する時間が省けるので、振動板製造にかかる時間は1/200以下になる。製造コストについては製造時間の短縮、工程の低減、簡素化、さらに基板、フィラメント等補助材料の不要により、1/数100になると考えられる。ところで、このような試算は熱フィラメント法で合成できた場合のことであるが、口径60mmのダイヤモンド振動板を熱フィラメント法で製造することは、フィラメントの配置、調整の点から、極めて困難であると考えられる。

#### 【0033】実施例2

図8に示すように、基板61を超硬(WC-Cu)製の凸型でボイスコイルボビンも一体となるものとし、トーチ60を振動板の軸から傾けた方向から照射出来るようなトーチ移動機構を持つ装置を用いて振動板の製造を行った。図中95はトーチ移動機構、96はケーブル、配管類である。なおトーチの構造、ガス循環系、基板回転移動機構等は実施例1と同様である。基板の凸は口径60mm、高さ15mm、ボイスコイルボビン部の高さは5mmである。

【0034】① 装置全体を $10^{-3}$  torrまで排気後、原子濃度でアルゴン32%、水素66%、炭素2%となるようにアルゴン、水素、メタンをバッファータンクに6気圧になるまで供給した。

② 第一プラズマガス20 l/min、第二プラズマガス60 l/min、第一シールドガス20 l/min、第二シールドガス20 l/min、第一アノード電流20A、第二アノード電流60A、第三アノード電流40Aで放電を開始し、圧力調整バルブをチャンバ内圧力50 torrとなるようにした。

【0035】③ 放電が安定した後、赤外線温度計で銅製基板の温度を測定しながら基板をトーチに近づけ、900°Cで20分ダイヤモンド合成を行い、厚さ40μmのダイヤモンド振動板を製膜した。

④ 放電終了3分後にチャンバをリークし、すでに基板から剥離して基板の上に乗っているだけのダイヤモンド振動板を取り出した。

【0036】⑤ 基板の上面、側面、チャンバ内面等を簡単に掃除し、基板を下げて、10<sup>-3</sup> torrまで排気した後、上記②以降を繰り返すことで、ダイヤモンド振動板を連続して製造できる。

⑥ YAGレーザーを用いて振動板外周のバリを落としダイヤモンド振動板を完成させた。

【0037】このようにして製造したダイヤモンド振動板を用いて製作した高温用スピーカの周波数特性を調べたところ、高域共振周波数は約35kHzと、同様の形状のチタン製スピーカの10kHzに比べ大幅に高い。またダイヤモンド振動板の製膜時間は約20分であり、従来の熱フィラメント法の約40時間に比べ1/120である。さらに基板から剥離する時間が省けるので、振動板製造にかかる時間は1/200以下になる。製造コストについては製造時間の短縮、工程の低減、簡素化、さらに基板、フィラメント等補助材料の不要により、1/数100になると考えられる。ところでこのような試算は熱フィラメント法で合成できた場合のことであるが、口径6mmのダイヤモンド振動板を熱フィラメント法で製造することは、フィラメントの配置、調整の点から、極めて困難であると考えられる。

#### 【0038】実施例3

図3Bに示したシングルアノードトーチを用い、あとは実施例1と同様な装置、手順でダイヤモンド振動板の製造を行った。なお基板はステンレスの表面にTiCを厚さ2μmコーティングしたもので凹みの大きさは口径30mm、深さ5mmである。

【0039】① 装置全体を10<sup>-3</sup> torrまで排気後、原子濃度でアルゴン33%、水素66%、炭素1%となるようにアルゴン、水素、メタンをバッファータンクに6気圧になるまで供給した。

② プラズマガス40 l/min、放電電流60Aで放電を開始し、圧力調整バルブをチャンバ内圧力50 torrとなるようにした。

【0040】③ 放電が安定した後、赤外線温度計で銅製基板の温度を測定しながら基板をトーチに近づけ、900°Cで30分ダイヤモンド合成を行い、厚さ30μmのダイヤモンド振動板を製膜した。

④ 放電終了3分後にチャンバをリークし、すでに基板から剥離して基板の上に乗っているだけのダイヤモンド振動板を取り出した。

【0041】⑤ 基板の上面、側面、チャンバ内面等を簡単に掃除し、基板を下げて、10<sup>-3</sup> torrまで排気した

後、上記②以降を繰り返すことで、ダイヤモンド振動板を連続して製造できる。

⑥ YAGレーザーを用いて振動板外周のバリを落としダイヤモンド振動板を完成させた。

【0042】このようにして製造したダイヤモンド振動板を用いて製作した高温用スピーカの周波数特性を調べたところ、高域共振周波数は約80kHzと、同様の形状のチタン製スピーカの20kHzに比べ大幅に高い。またダイヤモンド振動板の製膜時間は30分であり、従来の熱フィラメント法の約30時間に比べ1/60である。さらに基板から剥離する時間が省けるので、振動板製造にかかる時間は1/100以下になる。製造コストについては製造時間の短縮、工程の低減、簡素化、さらに基板、フィラメント等補助材料の不要により、1/数100になると考えられる。

#### 【0043】実施例4

実施例3と同様な装置で、ガス循環を行わずにアルゴンと水素をプラズマガスとしてプラズマトーチに、メタンを雰囲気ガスとして供給する方法でダイヤモンド振動板の製造を行った。

① 装置全体を10<sup>-3</sup> torrまで排気後、プラズマガスとしてアルゴンを10 l/min、水素を10 l/min、雰囲気ガスとしてメタン0.3 l/min流し、放電電流60Aで放電を開始し、圧力調整バルブをチャンバ内圧力50 torrとなるようにした。

【0044】② 放電が安定した後、赤外線温度計で銅製基板の温度を測定しながら基板をトーチに近づけ、900°Cで30分ダイヤモンド合成を行い、厚さ30μmのダイヤモンド振動板を製膜した。

③ 放電終了3分後にチャンバをリークし、すでに基板から剥離して基板の上に乗っているだけのダイヤモンド振動板を取り出した。

【0045】④ 基板の上面、側面、チャンバ内面等を簡単に掃除し、基板を下げて、10<sup>-3</sup> torrまで排気した後、上記②以降を繰り返すことで、ダイヤモンド振動板を連続して製造できる。

⑤ YAGレーザーを用いて振動板外周のバリを落としダイヤモンド振動板を完成させた。

【0046】このようにして製造したダイヤモンド振動板を用いて製作した高温用スピーカの周波数特性を調べたところ、高域共振周波数は約80kHzで実施例3と同様の特性であった。ダイヤモンド振動板の製造時間は実施例2と同様で熱フィラメント法1/100以下になるが、ガスの消費量が多いため製造コストは実施例2の約4倍となった。それでも熱フィラメント法に比べれば1/数10のコストである。

#### 【0047】

【発明の効果】本発明のダイヤモンド振動板の製造方法は、従来の熱フィラメント法を用いる方法に比べ、製造時間、製造コストを1/数10から1/数100にする

11

ことができる。また熱フィラメント法では製造できない大口径の振動板も製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるプラズマジェットCVD法の原理説明図である。

【図2】ガス循環系を含むプラズマジェットCVD装置を示す。

【図3】従来(3A)及び本発明(3B)のプラズマトーチの断面図である。

【図4】プラズマトーチの陽極点付近のガス流速と炭素付着の相関図である。

【図5】実施例で用いたDCプラズマトーチの模式図である。

【図6】実施例で用いたプラズマCVD装置の全体図である。

【図7】実施例で用いたプラズマCVD装置のガス系統図である。

【図8】実施例で用いた別のプラズマCVD装置を示す。

【図9】従来のダイヤモンド膜合成方法を示す。

【符号の説明】

1…ダイヤモンド膜  
2…Si基板  
3…フィラメント

\* 4…ガス

5…排気系

12…プラズマトーチ

13…基板

14…チャンバ

15…基板回転移動機構

16…電源

17…フィルタ

18…バルブ

19…真空ポンプ

20…オイルトラップ

21…コンプレッサ

22…タンク

23…ガス分析器

24…データ処理装置

25…ガスボンベ

26…コントローラ

27…補充ガス

31…カソード

32…アノード

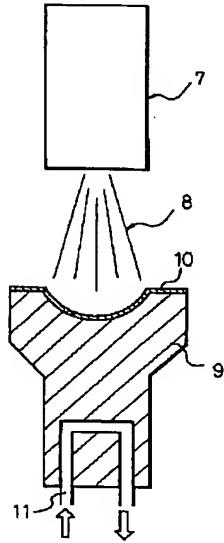
33…アーク

34…陽極点

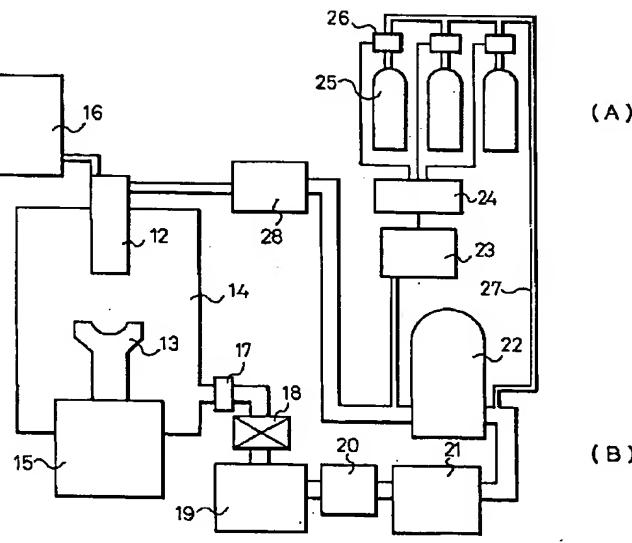
35…プラズマジェット

\*

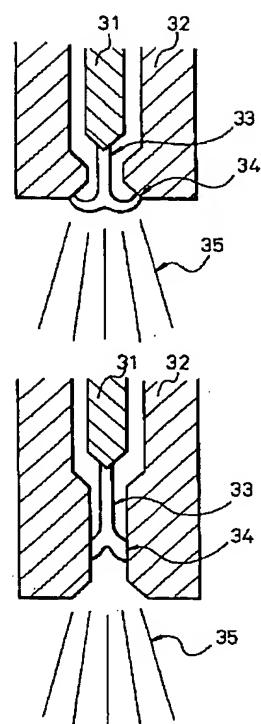
【図1】



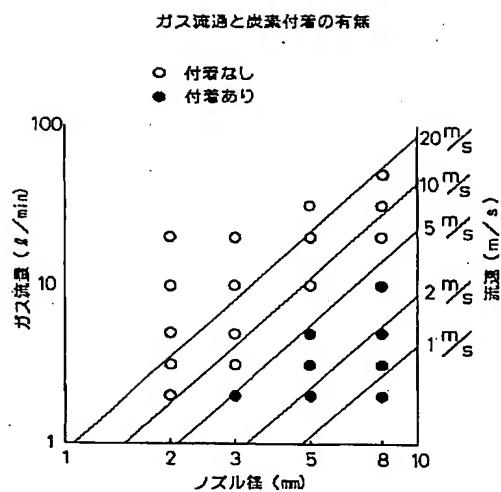
【図2】



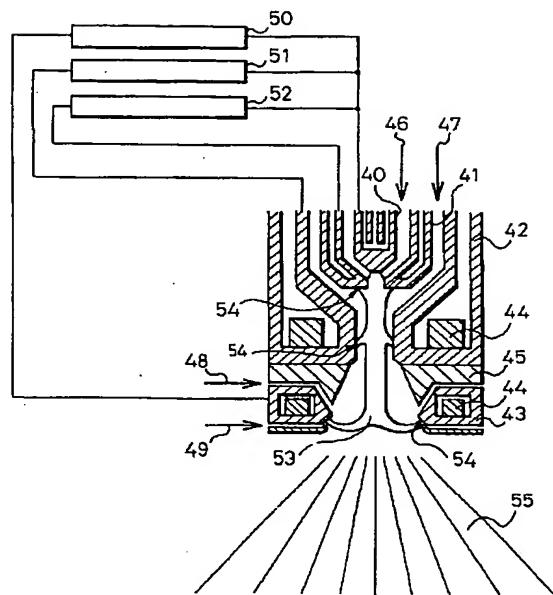
【図3】



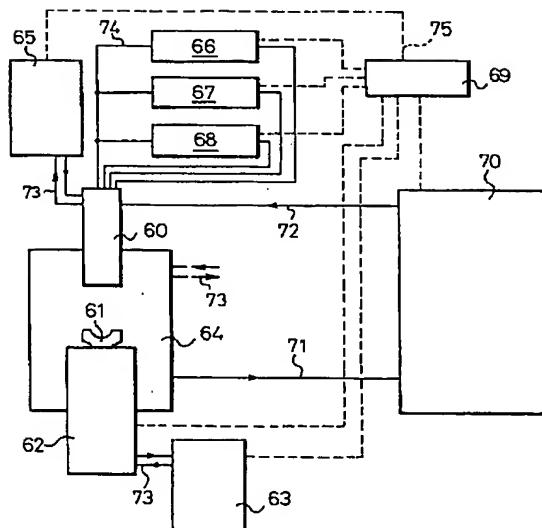
【図4】



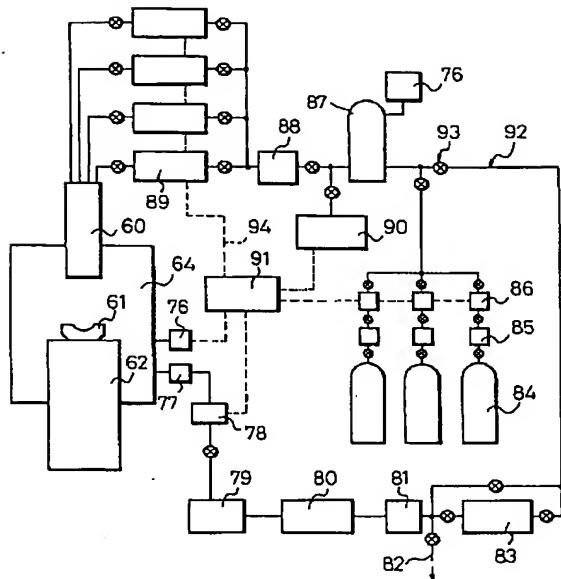
【図5】



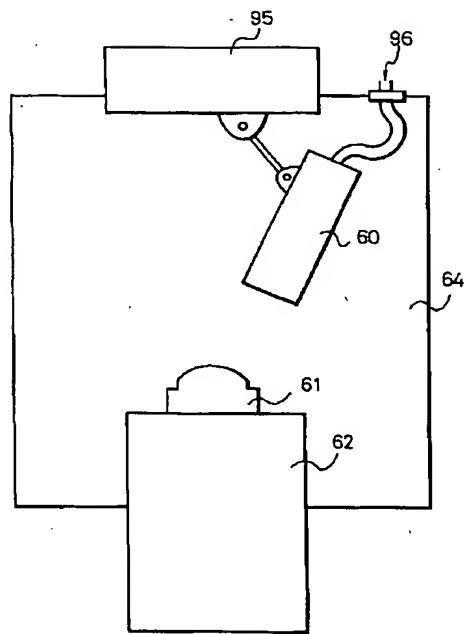
【図6】



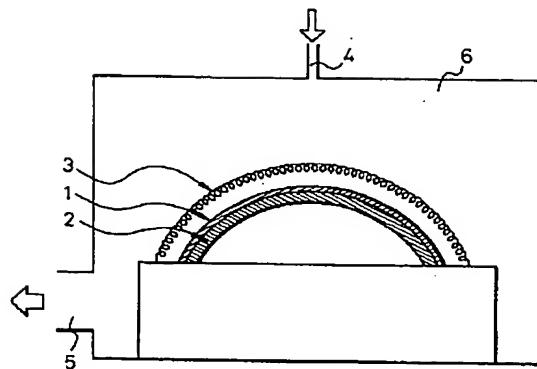
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 明石 忍

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地  
富士通株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.